

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-131882

(43)Date of publication of application : 12.05.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08

(21)Application number : 10-303994

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 26.10.1998

(72)Inventor : HAYASHI KENJI

KITANI TOMOE

KAMIYAMA MIKIO

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a toner which removes the faults of a conventional electrostatic charge image developing toner, which can be easily controlled for its particle size and has a narrow particle size distribution, which shows high uniformity in its particle shape and which has excellent electrification characteristics and high fluidity, and to provide a producing method of the toner.

SOLUTION: In the production of an electrostatic charge image developing toner, a flocculant and a stabilizer are added to an aq. dispersion liquid containing at least polymer fine particles and coloring agent fine particles to associate a large number of fine particles described above. The associated particles are thermally fused at a temp. higher than the glass transition temp. of the polymer fine particles. In this method, the concn. of at least either the flocculant or stabilizer is changed when the particles are thermally fused and integrated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.03.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 09.11.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3671701

[Date of registration] 28.04.2005

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection] 2004-25164

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection] 09.12.2004

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P) (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-131882
(P2000-131882A)

(43) 公開日 平成12年5月12日 (2000.5.12)

(51) Int. Cl. G 0 3 G	9/087 9/08	識別記号	P I G 0 3 G	9/08	3 8 1 3 4 1	5-70-1 (参考) 2 H 0 0 5
(21) 出願番号	特開平10-303954	(71) 出願人	000001270 コニカ株式会社			
(22) 出願日	平成10年10月28日 (1998.10.28)	(72) 発明者	林 健司 東京都新宿区西新宿1丁目28番2号			
		(72) 発明者	木谷 智江 東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社 社内			
		(72) 発明者	神山 幹夫 東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社 社内			
		Fターム(参考)	2B005 A421 A903 C421 C423 C501 D405 E403 E405			

(54) [発明の名称] 静電荷像現像用トナーとその製造方法

(57) [要約]

【課題】 コストアップを伴わず従来の静電荷像現像用トナーの欠点を解決し、粒径の制御が容易で狭い粒度分布を有し、粒子形状の均一性が高く、帯電特性に優れた流動性が高いトナーとその製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多量の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱融着させる静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱融着時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多量の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱融着させる静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱融着時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項2】 上記凝集剤が1乃至3価の金属の塩であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項3】 上記凝集剤が水に無限溶解する有機溶媒であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】 上記安定剤がニオン界面活性剤であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項5】 少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多量の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱融着させて作製された静電荷像現像用トナーにおいて、熱融着時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させて作製されたことを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】 本発明は、静電荷像現像用トナーとその製造方法に関するもので、より詳細には小粒径で且つ粒度分布が狭く、トナーの粒子形状が均一であり、流動性、帯電性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真分野では、静電荷像を可視像化する為にトナーを用いている。このトナー粒子は、樹脂中に着色剤、必要に応じて荷電制御剤、定着性改良剤等の物質を配合してなる組成物であり、一定の平均粒径、粒度分布を持つものである。樹脂としては、例えばスチレン系樹脂等が用いられ、着色剤としてはカーボンブラックや他の有機系又は無機系の炭素質が用いられる。

【0003】 電子写真用トナーの最も代表的な製造方法としては、前述の樹脂と着色剤を均質に混合し、この混合物を粉砕後、粉砕物を分級し一定の粒度分布に揃える工程からなる。しかしながらこの粉砕・分級工程により得られるトナーの収率は低く、更により高精密な画像を得る為、平均粒径を小さくすると収率は更に悪化する。又、得られたトナー粒子の形状が不規則である為トナーの流動性が低く、ブロッキングが発生しやすいという欠点を有している。

【0004】 一方、粉砕工程を含まず直接的に着色重合

2

体粒子を得る方法として、例えば特公昭53-17736号公報等に記載されている様に、重合法による方法が提案されている。

【0005】 これらはいわゆる懸濁重合法によるものであり、重合性重合体及び着色剤を成分とする重合組成物を水性分散液中に懸濁し重合して直接トナーを得る製造方法である。この方法は製造が容易であるが、小粒径のトナーの製造が難しく、粒度分布の良好なものを製造する事が困難であり、更に粒子形状が円球であることから、ブレードクリーニングが困難であるという欠点を有している。

【0006】 更に特開平5-224462号公報、特開平5-115572号公報等に記載の方法として、重合体微粒子水性分散液及び着色剤微粒子水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し、重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で熱融着させ直接トナーを得る方法が提案されている。この方法はトナー粒子形状も任意に制御が可能であり、小粒径の粒度分布の狭いトナーを得ることができ、前述の懸濁重合法を用いたトナーに比べ良好な特性を得られることが知られている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、微粒子凝集によるトナー製造方法は粒径の調節が難しく又トナー形状を均一にすることが困難である。この為帯電特性にばらつきが生じ易いため、精度の高い制御が必要となる。又、小粒径トナーを造ることが出来るが、この場合、流動性が低下し帯電特性にも影響を与え、この結果、製造時の制御精度を上げざるを得ず、粉砕法トナーに比較しコストアップを生じるといふ問題点を有している。

【0008】 従って、本発明の目的は、コストアップを伴わず従来の静電荷像現像用トナーの欠点を解決し、粒径の制御が容易で狭い粒度分布を有し、粒子形状の均一性が高く、帯電特性に優れた流動性が高いトナーとその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明等は鋭意検討した結果、本発明の目的は、下記構成の何れかを採ることにより達成出来ることを見いだされた。

【0010】 (1) 少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多量の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱融着させる静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱融着時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0011】 (2) 上記凝集剤が1乃至3価の金属の塩であることを特徴とする (1) 記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0012】 (3) 上記凝集剤が水に無限溶解する有

(5)

8

金属酸化物系顔料、亜鉛粉、鉄粉、銅粉等の金属粉系顔料、酸化亜鉛、カドミウムレド、酸化水銀、セレンレド、カドミウムイエロー等の硫化物系顔料、モリブデンレド、バリウムイエロー、スチロンチウムイエロー、クロムイエロー等のクロム酸塩系顔料、フェロシアニ化塩系顔料などが例として挙げられる。

[0047] 有機顔料としては、カラーインデックス等に記載されているような化合物が挙げられる。例えば、シアニン又はグリーン顔料として、C. I. ビグメントブルー15、C. I. ビグメントブルー15:2、C. I. ビグメントブルー16、C. I. ビグメントブルー60、C. I. ビグメントグリーン7等が挙げられる。

[0048] マゼンタ又はレッド顔料としてC. I. ビグメントレッド2、C. I. ビグメントレッド3、C. I. ビグメントレッド5、C. I. ビグメントレッド7、C. I. ビグメントレッド15、C. I. ビグメントレッド16、C. I. ビグメントレッド48:1、C. I. ビグメントレッド53:1、C. I. ビグメントレッド57:1、C. I. ビグメントレッド122、C. I. ビグメントレッド123、C. I. ビグメントレッド139、C. I. ビグメントレッド144、C. I. ビグメントレッド149、C. I. ビグメントレッド166、C. I. ビグメントレッド178、C. I. ビグメントレッド222等が挙げられる。

[0049] イエロー又はオレンジ顔料としてはC. I. ビグメントイエロー12、C. I. ビグメントイエロー13、C. I. ビグメントイエロー14、C. I. ビグメントイエロー15、C. I. ビグメントイエロー17、C. I. ビグメントイエロー93、C. I. ビグメントイエロー94、C. I. ビグメントイエロー138、C. I. ビグメントイエロー180等が挙げられる。

[0050] 一般的には、シアニ有機顔料としてはC. I. ビグメントブルー15:3として知られる銅-フタロシアニンが、マゼンタ有機顔料としてはC. I. ビグメントレッド122として知られるジメチルキナクリドンが、イエロー有機顔料としてはC. I. ビグメントイエロー17として知られるジスアゾイエローが用いられる。

[0051] [固体成分] 本発明に係る重合体微粒子は、固体成分と混合することができる。固体成分としては、定着性改良剤、帯電制御剤等を挙げることができる。これらは単独又は併用して混合することができる。

[0052] 例えば低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、酸化処理されたポリエチレン、酸化処理されたポリプロピレン、酸変性処理されたポリエチレン、酸変性処理されたポリプロピレン、ポリオレフィン系ワックス（例えば、東邦化学工業社製のハイテック）

50

9

等の定着性改良剤を用いることができる。

[0053] 又、ニグロシン系の電子供与性染料、ナフテン酸や高級脂肪酸の金属塩、アルコキシ化アミン、第4級アンモニウム塩、アルキルアミド、金属錯体、顔料、フッ素処理活性剤などのプラスの帯電制御剤や、電子受容性の有機錯体、塩素化パラフィン、塩素化ポリエステル、銅フタロシアニンのスルホアルミン等のマイナスの帯電制御剤を用いることができる。

[0054] 通常これらは各々重合体に対し0.1～25重量%含有される。

[0055] [非球形化反応] 本発明に係る着色粒子（後述するごとくこれをそのままトナーとして用いる場合も、さらに外添剤を加えてトナーとする場合もある）は、本発明の重合体微粒子を複数個集合させて製造される前に、この際、着色剤は、重合体微粒子を複数個集合させる際、同時に分散液として添加し、会合時に凝集化させる。

[0056] 本発明に係る着色粒子（非球形化粒子）は、本発明に係る重合体微粒子分散液に攪拌下、安定剤と凝集剤である金属塩を微量添加することにより、重合体微粒子のTg以上の温度で加熱することによって作製される。

[0057] 本発明は、その非球形化粒子の平均粒径、粒度分布は凝集剤濃度、水に無限溶解する有機溶媒の添加濃度、更に重合体粒子のイオン性解離性を有する単量体単位の解離度により決定される。例えば、水に無限溶解する有機溶媒の添加濃度、温度及び重合体粒子のイオン性解離性を有する単量体単位の解離度が一定の場合、凝集剤濃度が小さくなれば一般的に粒径は大きくなり、凝集剤濃度が小さくなれば一般的に粒径は小さくなる。同様に、凝集剤濃度、重合体粒子のイオン性解離性を有する単量体単位の解離度が一定の場合、水に無限溶解する有機溶媒の添加濃度が大きくなれば粒径は大きくなり、小さいと粒径は小さくなる。更に、重合体粒子のイオン性解離性を有する単量体単位の解離度を小さくすると、解離度が大きくなる粒径は小さく、解離度が小さい場合は生成粒子の粒径は大きくなる。

[0058] すなわち、本発明において、前記三つの因子を適宜変化させる事で所望の粒径を得ることが出来る。又、この三つの因子の働きにより、非常に狭い粒度分布の粒子を得ることが出来る。

[0059] [製造方法] 本発明のトナーは、代表的には重合体微粒子分散液に対し、必要量の安定剤と、金属塩又は金属塩水溶液を攪拌下で添加する。更に、水に封入して無限溶解する有機溶媒を添加し、重合体微粒子のガラス転移点Tg以上の温度で加熱する工程が基本となる。但し、各添加剤の添加順序は特に規定されない。製造方法も特にこれに限定されるものではない。

[0060] 例えば、加熱温度が一定の場合、加熱時間

50

(6)

10

が長くなるにつれて形状は真球状に近づく。又、加熱温度を高くすると、真球状になる速度が早くなる。

[0061] [静電荷像現像用トナー] 本発明の非球形粒子は、静電荷像現像用トナーとして用いる。その平均粒径は3～25μm、特に好ましくは5～15μmが良い。特に、本発明のトナー粒子は、小粒径になっていても粒度分布に悪化が無く、小さいままであり、分級操作等の後処理がなくても収率高く得ることができる為、小粒径トナーとして用いるのに好ましい。

[0062] 前記した非球形粒子は単独でもトナーとして用いられるが、流動化剤としてシリカ、酸化チタン、酸化アルミニウム及びこれらの疎水化処理物を併用できる。流動化剤はトナー100重量部に対し0.01～20重量部添加されることが好ましく、0.1～10重量部添加されることが更に好ましい。

[0063] 更に滑剤としてステアリン酸のカドミウム、バリウム、ニッケル、コバルト、ストロンチウム、銅、マグネシウム、カルシウム塩等、オレイン酸の亜鉛、マンガン、鉄、コバルト、銅、鉛、マグネシウム塩、バルミチン酸の亜鉛、コバルト、銅、マグネシウム、ケイ素、カルシウム塩、リノール酸の亜鉛、コバルト、カルシウム塩、リノール酸の亜鉛、カドミウム塩、カプリル酸の鉛塩、カプロン酸の鉛塩等の高級脂肪酸の金属塩が挙げられる。これらは必要に応じて添加される。

[0064]

[実施例] 以下、実施例にて更に本発明の内容を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

[0065] 実施例1

(重合体微粒子の合成1) 攪拌装置、冷却管、温度センサー及び窒素導入管をつけた5リットラブルガラスコに蒸留水2400ml、ドデシルベンゼンスルホノ酸ナトリウム2.8g、マレイン酸変性ポリプロピレンワックス乳剤（酸価：20mg KOH/g、ワックス固形分：20%、平均粒径：100nm）240g、ステレン620g、n-ブチルアクリレート128g、メタクリル酸52g及びtert-ドデシルメルカプタン27.4gを添加し、窒素気流下攪拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸カリウム11.2gを蒸留水600mlに溶解した重合体微粒子溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下攪拌を3時間行い重合を完了させた後、室温まで冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱法測定装置ELS-800（大塚電子工業社製）を用いて粒径測定、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーHLC-8020（東ソー社製）を用いて分子量測定、示差走査熱量計DSC-50（島津製作所社製）を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径d50=110nm、重量平均分子量Mw=12,500、分子量分布Mw/Mn=2.48、ガラス転移温度Tg=57℃であった。

(7)

11

た。又、ポリマー固形分濃度は2.0%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(1)とする。

【0066】(重合体微粒子分散液の合成2) 攪拌装置、冷却管、温度センサー及び窒素導入管をつけた5 lセパラフラスコに、重合体微粒子分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(1) 3.1、8.5 g及び蒸留水20 g、着色剤分散液(2) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。又ポリマー固形分濃度は2.0%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

【0067】(着色剤分散液の調製1) 蒸留水150.0 ml、ドデシル硫酸ナトリウム10.6、2 g及びモリブデン(カーボンブラック；キヤボット社より入手) 2.3 gを混合後、加圧分散機MINI-LAB(ラーニー社製)を用い平均粒径が10.0 nm以下になるまで分散を行った。平均粒径は動的分散度測定装置ELS-800(大塚電子工業(株)製)を用い測定した。結果はd50=8.4 nmであった。この着色剤分散液を着色剤分散液(1)とした。

【0068】(着色剤分散液の調製2) 着色剤分散液の調製1のモリブデンをToner Yellow 3 G P(C. I. Pigment Yellow 155: クラリアント社より入手)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径はd50=9.7 nmであった。この着色剤分散液を着色剤分散液(2)とした。

【0069】(着色剤分散液の調製3) 着色剤分散液の調製1のモリブデンをToner Pink E02(C. I. Pigment Red 122: クラリアント社より入手)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径はd50=8.8 nmであった。この着色剤分散液を着色剤分散液(3)とした。

【0070】(着色剤分散液の調製4) 着色剤分散液の調製1のモリブデンをKET Blue 104(C.

12

I. Pigment Blue 15:3:大日本インキ化学工業社より入手)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径はd50=8.2 nmであった。この着色剤分散液を着色剤分散液(4)とした。

【0071】(トナーの合成1) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(1) 3.1、8.5 g及び蒸留水20 g、着色剤分散液(2) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

【0072】乾燥終了後、コーンカウンター-IIを用い粒度、粒度分布を測定した。平均粒径はd50=6.4 µm、変動係数C. V.=1.8、2%であった。

【0073】(トナーの合成2) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(1) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、着色剤分散液(2) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

(8)

13

後、通過、蒸留水を添加し再懸濁、通過を繰り返す、トナーを精製した。このトナーを本発明のトナー-2とし、コーンカウンター-IIを用い粒度、粒度分布を測定した。平均粒径はd50=6.4 µm、変動係数C. V.=1.7、4%であった。

【0074】(トナーの合成3) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(2) 3.1、8.5 g及び蒸留水1.9 g、着色剤分散液(2) 3.1、8.5 g及び蒸留水1.9 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

【0075】乾燥終了後、コーンカウンター-IIを用い粒度、粒度分布を測定した。平均粒径はd50=6.4 µm、変動係数C. V.=1.8、2%であった。

【0076】(トナーの合成4) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(3) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、着色剤分散液(3) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

14

乾燥を行った。

【0077】乾燥終了後、コーンカウンター-IIを用い粒度、粒度分布を測定した。平均粒径はd50=6.5 µm、変動係数C. V.=1.7、2%であった。

【0078】(トナーの合成5) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(4) 1.5、9.2 g及び蒸留水2.1 g、着色剤分散液(4) 1.5、9.2 g及び蒸留水2.1 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

【0079】乾燥終了後、コーンカウンター-IIを用い粒度、粒度分布を測定した。平均粒径はd50=6.5 µm、変動係数C. V.=1.7、6%であった。

【0080】(トナーの合成6) 本発明のトナーを精製1を用い、全く同じ操作を10回繰り返してこれを本発明のトナー-1-2-1とした。

【0081】(比較トナーの合成1) 攪拌装置、冷却管、温度センサーを装着した1 lセパラフラスコに、重合体分散液(1) 2.12 g及び重合体分散液(2) 5.4 g、着色剤分散液(1) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、着色剤分散液(1) 3.1、8.5 g及び蒸留水2.0 g、ステアリン酸5.48 g、n-ブチルアクリレート2.0 g、メタクリル酸5.2 g及びtert-ドデシルメルカプタン0.45 gを添加し、窒素気流下撹拌を行い、内温を70℃まで昇温した。内温が70℃に到達した時点で、過酸化カルウム10.0 gを蒸留水60.0 mlに溶解した重合開始剤水溶液を投入し、内温70℃に維持しつつ、窒素気流下撹拌を3時間行い重合を完了させた。その後、室温まで冷却した。この重合体微粒子分散液は、動的分散度、粘度、粒度分布を測定した。結果は平均粒径d50=1.0 µm、重量平均分子重量Mw=19.5、5.00、分子重量分布Mw/Mn=2.96、ガラス転移温度Tg=57℃であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

